

# SUIVI IN SITU MULTI-TECHNIQUES DU FRITTAGE DE MATÉRIAUX SOUS HAUTE PRESSION

**LABORATORY :** Institut Lumière Matière  
**IN COOPERATION WITH :** IMPMC-Sorbonne Paris; Synchrotron Soleil

**LEVEL :** M1 / M2  
**TEAM(S) :** ENERGIE

**CONTACT(S) :** LE FLOCH Sylvie

**CONTACT(S) DETAILS:** sylvie.le-floch[at]univ-lyon1.fr / Tel. 0472431402

**KEYWORD(S) :** Hautes Pressions / rayonnement synchrotron / matériaux frittés

## SCIENTIFIC CONTEXT :

La mise au point de techniques de frittage innovantes est essentielle pour la recherche de nouveaux matériaux hautes performances (mécaniques, électriques, thermiques, énergétiques, biochimiques, etc.). Le développement récent du HP-SPS combinant la technologie des hautes pressions (HP) au procédé de frittage SPS (spark plasma sintering) a ouvert la voie à l'élaboration de nouveaux matériaux ayant des applications dans de nombreux domaines : outils de coupe, matériaux pour le nucléaire, stockage d'énergie ou de déchets dangereux. En effet, l'application de fortes pressions présente deux intérêts décisifs. D'une part, en abaissant notablement la température de frittage, elle limite la croissance granulaire et permet l'obtention de matériaux denses nanostructurés aux propriétés mécaniques, optiques ou thermiques exceptionnelles. D'autre part, elle permet de fritter des matériaux instables à hautes températures comme les matériaux ultra-durs (diamant, c-BN) ou des matériaux contenant des éléments volatiles. Mais, si le HP-SPS suscite un intérêt croissant, l'optimisation des nombreux paramètres de synthèse nécessite une longue et énergivore étude à chaque nouveau type de matériau. C'est pourquoi, nous avons récemment développé un dispositif portable HP-SPS pour l'analyse in situ du procédé par diffraction X sur synchrotron. Ce dispositif unique a été utilisé avec succès sur 3 synchrotrons européens.

## MISSIONS :

Ce stage s'inscrit dans un projet, associant 2 laboratoires et le synchrotron Soleil, dont l'objectif est l'adaptation du dispositif de frittage HP-SPS au suivi in situ par tomographie X ultra-rapide. Une presse UToPEC (Ultrafast Tomographic Paris Edinburg Cell) installée sur la ligne PSICHE permet l'imagerie in situ de matériaux à hautes pressions et hautes températures (HP-HT). Elle sera couplée à un générateur de courant pulsé pour la mise en œuvre du frittage HP-SPS. Actuellement, la pression est générée sur l'échantillon à fritter par deux enclumes opposées en carbure de tungstène qui absorbent les rayons X et limitent la fenêtre d'observation de l'échantillon. Lors de ce stage, de nouvelles enclumes en matériaux durs, plus transparents aux rayons X seront testées. Des expériences de calibration en pression et température seront réalisées à l'Institut Lumière Matière. Des expériences de frittage HP-SPS, suivi en temps réel par tomographie et diffraction des rayons X, seront ensuite menées au synchrotron Soleil sur divers matériaux. La mesure de l'impédance in situ sera également mise en place lors du stage pour l'étude de frittage de matériaux pour batteries solides.

## OUTLOOKS :

Le projet pourra être poursuivi en thèse si une bourse de l'école doctorale est obtenue.

## BIBLIOGRAPHY :

1. Y. Le Godec, S. Le Floch et al. Device for sintering by pulsating current and associated method, WO 2018/083325 A1, 2018
2. Y. Le Godec, S. Le Floch, Recent Developments of High-Pressure Spark Plasma Sintering: An Overview of Current Applications, *Materials*, 16, 997 (2023)
3. A. King, N. Guignot et al., "Recent tomographic imaging developments at the PSICHE beamline". *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, 2019